

# **CURABLE COMPOSITION.**

**Publication number:** JP3062626B2

**Publication date:** 2000-07-12

**Inventor:**

**Applicant:**

**Classification:**

**- international:** C08G65/336; C08K5/57; C08L71/02; C08G65/00;  
C08K5/00; C08L71/00; (IPC1-7): C08G65/336;  
C08L71/02

**- European:** C08G65/336; C08K5/57; C08L71/02

**Application number:** JP19910505848T 19910311

**Priority number(s):** WO1991JP00326 19910311; JP19900058856 19900309

**Also published as:**



EP0473793 (A1)  
EP0473792 (A1)  
WO9113928 (A1)  
WO9113927 (A1)  
EP0473793 (A4)

more >>

**Report a data error here**

Abstract not available for JP3062626B2

Abstract of corresponding document: **EP0473793**

Curable compsn. which gives a cured article improved in restorability, comprises oxypropylene polymer having gp(s) contg. a silicon atom having a hydroxyl or hydrolysable gp. bonded thereto, on Mw/Mn of 1.6 or less, and a number-average mol. wt. of 6,000 or above, salt of an organotin (11) carboxylic acid, and an organic amine cpd.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3062626号

(P3062626)

(45) 発行日 平成12年7月12日(2000.7.12)

(24) 登録日 平成12年5月12日(2000.5.12)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

C 0 8 G 65/336

C 0 8 G 65/336

C 0 8 L 71/02

C 0 8 L 71/02

請求項の数4(全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平3-505848

(86) (22) 出願日 平成3年3月11日(1991.3.11)

(86) 国際出願番号 P C T / J P 9 1 / 0 0 3 2 6

(87) 国際公開番号 W O 9 1 / 1 3 9 2 8

(87) 国際公開日 平成3年9月19日(1991.9.19)

審査請求日 平成9年12月1日(1997.12.1)

(31) 優先権主張番号 特願平2-58856

(32) 優先日 平成2年3月9日(1990.3.9)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(73) 特許権者 999999999

鐘淵化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(72) 発明者 藤田 雅幸

兵庫県高砂市高砂町沖浜町2番63号

(72) 発明者 本間 道英

兵庫県高砂市高砂町沖浜町2番63号

(72) 発明者 若林 宏

兵庫県神戸市垂水区舞子台2丁目8番B  
-102

(74) 代理人 999999999

弁理士 薦田 璋子 (外2名)

審査官 ▲吉▼澤 英一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 硬化性組成物

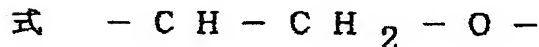
1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 重合主鎖が



|



で示される繰り返し単位を含有し、水酸基または加水分解性基の結合したケイ素原子を含むケイ素原子含有基を  
少なくとも1個有するオキシプロピレン重合体であっ  
て、Mw/Mnが1.6以下で数平均分子量が6,000以上である  
オキシプロピレン重合体、

(B) 2価のスズ有機カルボン酸塩、及び

(C) 有機アミン化合物

2

を含有する硬化性組成物。

【請求項2】 (A) 成分の重合体のMw/Mnが1.5以下であ  
る請求項1記載の硬化性組成物。

【請求項3】 (A) 成分の重合体の数平均分子量が6,00  
0~30,000である請求項1又は2記載の硬化性組成物。

【請求項4】 (A) 成分の重合体においてケイ素原子含  
有基が分子鎖末端に存在する請求項1~3のいずれか1  
項に記載の硬化性組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

本発明は、反応性ケイ素基を含有するオキシプロピレ  
ン重合体、2価のスズ有機カルボン酸塩、及び有機アミ  
ン化合物を含有する新規な硬化性組成物に関する。

【背景技術】

反応性ケイ素基（水酸基または加水分解性基の結合し

3

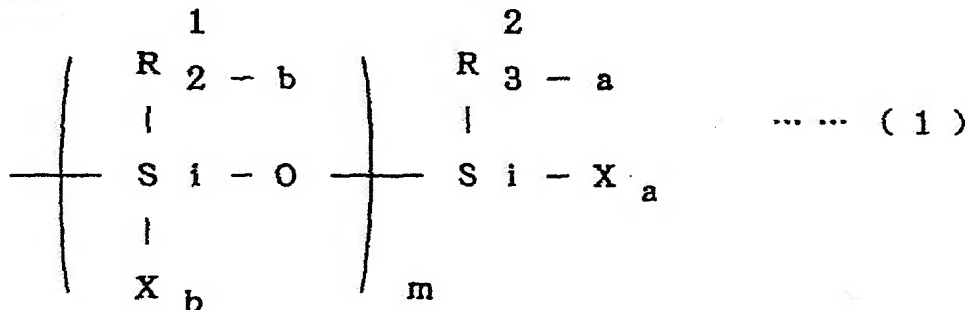
たケイ素原子を含むケイ素原子含有基であって、シロキサン結合を形成し得る基)を有するオキシプロピレン重合体は、液状の重合体になり得るもので、湿分等により室温で硬化してゴム状硬化物を生じる。このため、この重合体は建築物の弾性シーラント等に用いられている。この重合体の使用に際しては、硬化物の復元性を改善するために、2価のスズ有機カルボン酸塩及び有機アミン化合物を硬化触媒として使用し、これらとの組成物として用いられることがある(特開昭55-9669号)。ここでいう復元性とは、硬化物の試験片を例えば20%圧縮し、この状態で40℃の雰囲気中24時間放置し、その後に圧縮を解除した場合の24時間後の復元率をいう。復元性は大きいことが必要である。

本発明者らは、さらに復元性のすぐれた反応性ケイ素基を有するオキシプロピレン重合体を含有する硬化性組成物の検討の結果、オキシプロピレン重合体として分子量分布の狭いものを用いると、さらに復元性が改善されることを見出し本発明に至った。

#### [発明の開示]

本発明の硬化性組成物は、

(A) 重合主鎖が

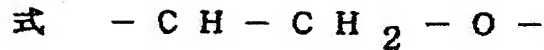


[式中、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>は、いずれも炭素数1~20のアルキル基、炭素数6~20のアリール基、炭素数7~20のアラルキル基または(R')、SiO-で示されるトリオルガノシロキシ基を示し、R<sup>1</sup>またはR<sup>2</sup>が2個以上存在するとき、それらは同一であってもよく、異なってもよい。ここでR'は炭素数1~20の1価の炭化水素基であり、3個のR'は同一であってもよく、異なってもよい。Xは水酸基または加水分解性基を示し、Xが2個以上存在するとき、それらは同一であってもよく、異なってもよい。aは0、1、2または3を、bは0、1または2をそれぞれ示す。また、m個の

\*

C H 3

|



で示される繰り返し単位を含有し、水酸基または加水分解性基の結合したケイ素原子を含むケイ素原子含有基(反応性ケイ素基)を少なくとも一個有するオキシプロピレン重合体であって、M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub>(重合平均分子量/数平均分子量)が1.6以下で数平均分子量(M<sub>n</sub>)が6,000以上であるオキシプロピレン重合体、

(B) 2価のスズ有機カルボン酸塩、及び

(C) 有機アミン化合物

を含有してなる。

[発明を実施するための最良の形態]

本発明に使用される(A)成分のオキシプロピレン重合体に含有されている反応性ケイ素基は特に限定されるものではないが、代表的なものを示すと、例えば、下記一般式(1)で表わされる基が挙げられる。

20

\*

2

R 3 - a

|

S i - X a

|

X b

m

40

1

R 2 - b

|

- S i - O - 基

|

X b

におけるbは異なってもよい。mは0~19の整数を示す。但し、a+Σb≥1を満足するものとする。]

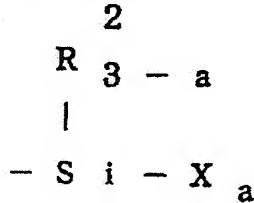
上記Xで示される加水分解性基は特に限定されず、従来公知の加水分解性基であればよい。具体的には、例えば、水素原子、ハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、酸アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基、アルケニルオキシ基等が挙げられる。これらの内では、水素原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミ

50

5

ノ基、アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基およびアルケニルオキシ基が好ましいが、加水分解性が穏やかで取扱いやすいという観点からメトキシ基等のアルコキシ基が特に好ましい。

この加水分解性基や水酸基は1個のケイ素原子に1～3個結合することができ、 $(a + \sum b)$ は1～5であるのが好ましい。加水分解性基や水酸基が反応性ケイ素基中に2個以上存在する場合には、それらは同一であって\*



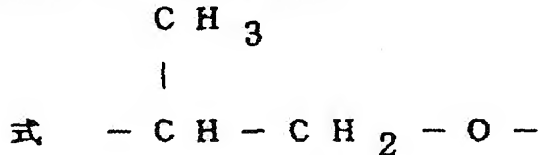
(式中、 $R^1$ 、 $X$ 、 $a$ は前記と同じ。)

また、上記一般式(1)における $R^1$ および $R^2$ の具体例としては、例えば、メチル基、エチル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、フェニル基などのアリール基、ベンジル基などのアラルキル基、 $R^1$ がメチル基やフェニル基などである( $R^1$ )、 $S_{10}$ で示されるトリオルガノシロキシ基等が挙げられる。 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ としてはメチル基が特に好ましい。

反応性ケイ素基はオキシプロピレン重合体1分子中に少なくとも1個、好ましくは1.1～5個存在するのがよい。重合体1分子中に含まれる反応性ケイ素基の数が1個未満になると、硬化性が不十分になり、良好なゴム弾性挙動を発現しにくくなる。

反応性ケイ素基はオキシプロピレン重合体分子鎖の末端に存在してもよく、内部に存在してもよい。反応性ケイ素基が分子鎖の末端に存在すると、最終的に形成される硬化物に含まれるオキシプロピレン重合体成分の有機網目鎖量が多くなるため、高強度、高伸びで低弾性率を示すゴム状硬化物が得られやすくなる。

本発明に使用される(A)成分における重合主鎖を構成するオキシプロピレン重合体は、



で示される繰り返し単位を含有するものである。このオキシプロピレン重合体は、直鎖状であっても分枝状であってもよく、あるいは、これらの混合物であってもよい。また、他の単量体単位等が含まれていてもよいが、上式に表わされる単量体単位が重合体中に50重量%以上、好ましくは80重量%以上存在することが好ましい。

このオキシプロピレン重合体の数平均分子量( $M_n$ )としては、6,000以上のものが有効に使用されうるが、好ましくは6,000～30,000の数平均分子量を有するものがよ

6

\*もよく、異なってもよい。

反応性ケイ素基中に、ケイ素原子は1個あってもよく、2個以上あってもよいが、シロキサン結合等によりケイ素原子の連結された反応性ケイ素基の場合には、20個程度あってもよい。

なお、下記一般式(2)で表わされる反応性ケイ素基が、入手容易な点からは好ましい。



い。さらに、このオキシプロピレン重合体においては、重量平均分子量と数平均分子量との比( $M_w/M_n$ )が1.6以下であり、極めて分子量分布が狭い(単分散性が大きい)。 $M_w/M_n$ の値は好ましくは1.5以下であり、さらに好ましくは1.4以下である。分子量分布は、各種の方法で測定可能であるが、通常はゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)法での測定が一般的である。このように数平均分子量が大きいにもかかわらず分子量分布が狭いので、本発明の組成物は、硬化前においては粘度が低く取扱いが容易であり、硬化後においては良好なゴム状弾性挙動を示す。

本発明の(A)成分となる反応性ケイ素基を有するオキシプロピレン重合体は、官能基を有するオキシプロピレン重合体に反応性ケイ素基を導入することによって得るのが好ましい。

高分子量で分子量分布が狭く官能基を有するオキシプロピレン重合体は、オキシプロピレンの通常の重合法(苛性アルカリを用いるアニオン重合法)やこの重合体を原料とした鎖延長反応方法によって得ることはきわめて困難であるが、特殊な重合法である特開昭61-197631号、特開昭61-215622号、特開昭61-215623号、特開昭61-218632号、特公昭46-27250号及び特公昭59-15336号等に記載された方法により得ることができる。なお、反応性ケイ素基に導入すると分子量分布は導入前の重合体に比較し広がる傾向にあるので、導入前の重合体の分子量分布はできるだけ狭いことが好ましい。

反応性ケイ素基の導入は公知の方法で行なえばよい。すなわち、例えば、以下の方法が挙げられる。

(1) 末端に水酸基等の官能基を有するオキシプロピレン重合体に、この官能基に対して反応性を示す活性基及び不飽和基を有する有機化合物を反応させ、次いで、得られた反応生成物に加水分解性基を有するヒドロシランを作用させてヒドロシリル化する。

(2) 末端に水酸基、エポキシ基やイソシアネート基等の官能基(以下、Y官能基という)を有するオキシプロ

ビレン重合体に、このY官能基に対して反応性を示す官能基（以下、Y'官能基という）及び反応性ケイ素基を有する化合物を反応させる。

このY'官能基を有するケイ素化合物としては、 $\gamma$ -(2-アミノエチル)アミノプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -(2-アミノエチル)アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシランなどのようなアミノ基含有シラン類； $\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシランなどのようなメルカプト基含有シラン類； $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\beta$ -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシランなどのようなエポキシシラン類；ビニルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アクリロイルオキシプロピルメチルジメトキシシランなどのようなビニル型不飽和基含有シラン類； $\gamma$ -クロロプロピルトリメトキシシランなどのような塩素原子含有シラン類； $\gamma$ -イソシアネートプロピルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -イソシアネートプロピルメチルジメトキシシランなどのようなイソシアネート含有シラン類；メチルジメトキシシラン、トリメトキシシラン、メチルジエトキシシランなどのようなハイドロシラン類などが具体的に例示されるが、これらに限定されるものではない。

以上の方法のなかで、(1)の方法、又は(2)のうち末端に水酸基を有する重合体とイソシアネート基及び反応性ケイ素基を有する化合物を反応させる方法が、好ましい。

本発明の(B)成分である2価のスズ有機カルボン酸塩としては、オクチル酸スズ(II)、ナフテン酸スズ(II)、ステアリン酸スズ(II)などが例示される。

この2価のスズ有機カルボン酸塩の使用量は、反応性ケイ素基含有オキシプロピレン重合体100部(重量部、以下同様)に対して0.001~10部程度が好ましい。

本発明の(C)成分である有機アミン化合物としては、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ラウリルアミン、ヘキサメチレンジアミン、トリエタノールアミン、ジブチルアミン、ジエタノールアミン、 $N,N,N',N'$ -テトラメチル-1,3-ブタンジアミン、ベンジルアミン、シクロヘキシルアミン、ドデカメチレンジアミン、ジメチルエチレンジアミン、ジメチルアミノエタノール、 $N,N,N',N'$ -テトラメチルエチレンジアミン、トリエチルアミン、 $N,N$ -ジメチルアニリン、ジメチルベンジルアニリンなどが例示される。

この有機アミン化合物の使用量は、反応性ケイ素基含有オキシプロピレン重合体100部に対して0.001~10部程度が好ましい。

これら(B)成分の2価のスズ有機カルボン酸塩及び

(C)成分の有機アミン化合物は、それぞれ、1種類のみで使用してもよいし、2種類以上混合使用してもよい。

本発明の硬化性組成物には、必要に応じて、充填剤、可塑剤などを加えて使用してもよい。

充填剤としては、フュームシリカ、沈降性シリカ、無水ケイ酸、含有ケイ酸およびカーボンブラックの如き補強性充填剤；炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ケイソウ土、焼成クレー、クレー、タルク、酸化チタン、ベントナイト、有機ベントナイト、酸化第二鉄、酸化亜鉛、活性亜鉛華、水添ヒマシ油およびシラスバルーン、などの如き充填剤；石綿、ガラス繊維およびフィラメントの如き繊維状充填剤が例示される。

これら充填剤で強度の高い硬化性組成物を得たい場合には、主にフュームシリカ、沈降性シリカ、無水ケイ酸、含水ケイ酸、カーボンブラック、表面処理微細炭酸カルシウム、焼成クレー、クレー、および活性亜鉛華などから選ばれる充填剤を反応性ケイ素基含有オキシプロピレン重合体100部に対し、10~100部の範囲で使用すれば、好ましい結果が得られる。また、低強度で伸びが大である硬化性組成物を得たい場合には、主に酸化チタン、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、タルク、酸化第二鉄、酸化亜鉛、およびシラスバルーンなどから選ばれる充填剤を反応性ケイ素基含有オキシプロピレン重合体100部に対し5~200部の範囲で使用すれば好ましい結果が得られる。もちろんこれら充填剤は1種類のみで使用してもよいし、2種類以上混合使用してもよい。

本発明の硬化性組成物においては、可塑剤を充填剤と併用して使用するのと硬化物の伸びを大きくできたり、多量の充填剤を混入できたりするのでより有効である。この可塑剤としては、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート、ブチルベンジルフタレートなどの如きフタル酸エステル類；アジピン酸ジオクチル、コハク酸イソデシル、セバシン酸ジブチルなどの如き脂肪族二塩基酸エステル類；ジエチレングリコールジベンゾエート、ペンタエリスリトールエステルなどの如きグリコールエステル類；オレイン酸ブチル、アセチルリシノール酸メチルなどの如き脂肪族エステル類；リン酸トリクレジル、リン酸トリオクチル、リン酸オクチルジフェニルなどの如きリン酸エステル類；エポキシ化大豆油、エポキシ化アマニ油、エポキシステアリン酸ベンジル、ジー(2-エチルヘキシル)4,5-エポキシシクロヘキサン-1,2-ジカルボキシレート(EPS)、エポキシオクチルステアレート、エポキシブチルステアレートなどの如きエポキシ可塑剤類；2塩基酸と2価アルコールとのポリエステル類などのポリエステル系可塑剤；ポリプロピレングリコールやその誘導体などのポリエーテル類；ポリ- $\alpha$ -メチルスチレン、ポリスチレンなどのポリスチレン類；ポリブタジエン、ブタジエン-アクリロニトリル共重合体、ポリクロロブレン、ポリイソブレン、ポリブテン、

塩素化パラフィン類などの可塑剤が単独又は2種類以上の混合物の形で任意に使用できる。可塑剤量は、反応性ケイ素基含有オキシプロピレン重合体100部に対し、0～100部の範囲で使用すると好ましい結果が得られる。これらのうち、EPS等のエポキシ可塑剤あるいはこれと他の可塑剤との混合物を用いると、復元性により効果を与える。

本発明の硬化性組成物の調製法にはとくに限定はなく、たとえば上記した成分を配合し、ミキサーやローラーやニーダーなどを用いて常温または加熱下で混練したり、適した溶剤を少量使用して成分を溶解させ、混合したりするなどの通常の方法が採用される。また、これら成分を適当に組合わせることにより、1液型や2液型の配合物をつくり使用することもできる。

本発明の硬化性組成物は、大気中に暴露されると水分の作用により、三次元適に網状組織を形成し、ゴム状弾性を有する固体へと硬化する。

本発明の硬化性組成物を使用するに際しては、更に、必要に応じて、他の硬化触媒、接着性改良剤、物性調整剤、保存安定性改良剤、老化防止剤、紫外線吸収剤、金属不活性化剤、オゾン劣化防止剤、光安定剤、アミン系ラジカル連鎖禁止剤、リン系酸化物分解剤、滑剤、顔料、発泡剤などの各種添加剤を適宜添加することが可能である。

本発明をより一層明らかにするために、以下に実施例を掲げる。

#### 合成例1

1.5リットル耐圧ガラス製反応容器に分子量15,000のポリオキシプロピレントリオール ( $M_w/M_n=1.38$ , 粘度89ポイズ) 401g (0.081当量) を仕込み、窒素雰囲気下にした。

137°Cで、滴下漏斗からナトリウムメトキシド28%メタノール溶液19.1g (0.099当量) を滴下し、5時間反応させた後、減圧脱揮した、窒素雰囲気下にもどし塩化アリル9.0g (0.118当量) を滴下、1.5時間反応させた後、さらにナトリウムメトキシドの28%メタノール溶液5.6g (0.029当量) と塩化アリル2.7g (0.035当量) を用いてアリル化をおこなった。

この反応物をヘキサンに溶かしケイ酸アルミニウムで吸着処理した後、ヘキサを減圧除去すると311gの黄色透明なポリマーが得られた (粘度68ポイズ)。

このポリマー270g (0.065当量) を耐圧ガラス製反応容器に仕込み、窒素雰囲気下にした。塩化白金酸の触媒

溶液 ( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$  25gをイソプロピルアルコール500gに溶かした溶液) 0.075mlを添加後、30分攪拌した。ジメトキシメチルシラン6.24g (0.059当量) を滴下漏斗より加え、90°Cで4時間反応させた後、脱揮すると260gの黄色透明なポリマーが得られた。

#### 合成例2

攪拌機付きフラスコに数平均分子量15,000のポリオキシプロピレントリオール ( $M_w/M_n=1.38$ , 粘度89ポイズ) 220g (0.0447当量) のジラウリン酸ジブチルスズ0.02gを仕込み、窒素雰囲気下でγ-イソシアネートプロピルメチルジメトキシシラン8.45g (0.0447当量) を室温で滴下した。滴下終了後、75°Cで1.5時間反応させた。IRスペクトルを測定し、2280 $cm^{-1}$ 付近のNCO吸収の消失と1730 $cm^{-1}$ 付近のC=O吸収の生成を確認した後、反応を終了させた。213gの無色透明のポリマーが得られた。

#### 比較合成例1

数平均分子量が3,000のポリオキシプロピレングリコール420gと数平均分子量が3,000のポリオキシプロピレントリオール80gとを、窒素置換された耐圧ガラス製反応容器に仕込んだ。水酸化ナトリウム40gを加え、60°Cで13時間反応させた後、プロモクロルメタン19gを60°Cで10時間反応させた。(得られたポリマーの $M_w/M_n$ は2.1であり、粘度は385ポイズであった。)

続いて、塩化アリル15gを加え36時間反応をおこなった。反応終了後、減圧にして揮発物質を除去した。

内容物をピーカーにとり出しヘキサンに溶かした。ケイ酸アルミニウムで吸着処理した後、ヘキサを減圧除去した。

このポリマー500gを窒素置換された反応容器に仕込み、塩化白金酸の触媒溶液 ( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$  25gをイソプロピルアルコール500gに溶かした溶液) 0.03gを添加した後、ジメトキシメチルシラン12gを加えて80°Cで4時間反応させた。反応終了後、減圧にして揮発物質を除去すると淡黄色透明なポリマーが550g得られた。

合成例1、2および比較合成例1で得られたポリマーの粘度をB型粘度計 (BMタイプローターNo.4, 12rpm) を用いて、23°Cで測定した。また、各ポリマーの数平均分子量 ( $M_n$ ) と分子量分布 ( $M_w/M_n$ ) をGPCにより分析した。GPCは、ポリスチレンゲル (東ソー株式会社製) を充填したカラムに留出溶媒としてテトラヒドロフランを用いて、オープン温度40°Cで分析した。その結果を表-1に示す。

表 - 1

重 合 体	粘 度 (ポイズ)	数平均分子量 (M <sub>n</sub> )	分子量分布 (M <sub>w</sub> / M <sub>n</sub> )
合 成 例 1	88	1.8 × 10 <sup>4</sup>	1.5
合 成 例 2	150	1.7 × 10 <sup>4</sup>	1.4
比 較 合 成 例 1	380	1.8 × 10 <sup>4</sup>	2.3

## 実施例1および比較例1

合成例1あるいは比較合成例1で得られたポリマー100部に対して、膠質炭酸カルシウム（白石工業株式会社製、商品名「白艶華CCR」）155部、ジオクチルフタレート45部、エポキシ系可塑剤（新日本理化株式会社製、サンソサイザーE-PS）20部、老化防止剤5部、二酸化チタン（石原産業株式会社製、商品名「R-（820）」）5部を加え、三本ペイントロールでよく混練した後、硬化触媒としてオクチル酸スズ3部、ラウリルアミン0.5部を加え、均一に混練した、得られた組成物のうち、実施例\*

\*1の組成物（合成例1のポリマーを用いたもの）は、比較例1の組成物（比較合成例1のポリマーを用いたもの）と比べて粘度が低く取扱いが容易であった。

これらの組成物を用いて、被着体としてアルミ板を、プライマーとしてNo.40（横浜ゴム株式会社製）を用いて、JISA5758に則してH型試験片を作製した。23℃で4日間、50℃で1日間養生した後、23℃で1日間30%圧縮を行なった。圧縮解除1日後、マイクロメーターにてH型の厚みを計算し、次式により圧縮復元率を計算した。

$$\text{圧縮復元率 (\%)} = \frac{(b - G) - 9.6}{(a - G) - 9.6} \times 100$$

b; 圧縮後の厚み

a; 圧縮前の厚み (≒ 12.0~12.5mm)

G; 被着体の厚み (2枚分)

結果を表-2に示す。

表 - 2

	用いた重合体	復元率 (%)
実施例 1	合成例 1	16
比較例 1	比較合成例 1	10

## 実施例2

合成例1で得られたポリマーにかえて合成例2で得られたポリマーを用い、実施例1と同様に復元率を求めたところ、実施例1と同様の結果が得られた。

## 〔産業上の利用可能性〕

本発明の組成物は、(A)成分として分子量分布の広い重合体を用いた組成物に比較して、硬化物の復元率がすぐれたものになる。

なお、本発明の硬化性組成物において(A)成分として使用される反応性ケイ素基含有オキシプロピレン重合体は、数平均分子量が大きいにもかかわらず分子量分布が狭い。従って、本発明の組成物は、硬化前においては、同一分子量で分子量分布の広い従来の反応性ケイ素\*

\*基含有オキシプロピレン重合体を含有する組成物の比べて粘度が低く取扱いが容易である。

このように硬化前の粘度が低いので、作業性が良いだけでなく、多量の充填剤を配合できて優れた室温硬化性組成物を得ることができる。

本発明の硬化性組成物は弾性シーラントとして特に有用であり、建造物、船舶、自動車、道路などの密封剤として使用しうる。更に、単独あるいはプライマーの助けをかりてガラス、磁器、木材、金属、樹脂成形物などの如き広範囲の基質に密着しうるので、種々のタイプの密封組成物および接着組成物としても使用可能である。更に、食品包装材料、注型ゴム材料、型取り用材料、塗料としても有用である。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開 平3-43449(JP, A)  
特開 昭61-141761(JP, A)  
特公 昭61-18582(JP, B2)

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, DB名)  
C08G 65/00 - 65/338  
C08L 71/02